

中图分类号: R932; R284.1; R286.0 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2026)05-0109-06
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2026.05.022



补气通窍合剂质量标准研究*

吕建伟¹, 赵凤仙^{2,3}, 梁晓莲^{3,4}, 李德仁², 陈勇⁴, 桂雄斌^{1△}

(1. 广西中医药大学第一附属医院, 广西南宁 530023; 2. 广西壮族自治区靖西市人民医院, 广西百色 533800;
3. 广西中医药大学药学院, 广西南宁 530200; 4. 广西壮族自治区梧州市中医医院, 广西梧州 543099)

摘要:目的 建立补气通窍合剂的质量标准。方法 采用薄层色谱(TLC)法对制剂中甘草、辛夷、荆芥进行定性鉴别;采用高效液相色谱(HPLC)法同时测定制剂中10种成分的含量,色谱柱为Agilent Zorbax SB-C₁₈柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm),流动相为乙腈-0.1%磷酸溶液(梯度洗脱),流速为1.0 mL/min,检测波长分别为326 nm(绿原酸、咖啡酸)、260 nm(毛蕊异黄酮葡萄糖苷、甘草苷、橙皮苷、迷迭香酸、芒柄花苷、甘草酸铵、芒柄花素)、278 nm(木兰脂素),柱温为27℃,进样量为10 μL。结果 甘草、辛夷、荆芥的TLC斑点显色清晰,且阴性对照无干扰。绿原酸、咖啡酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、甘草苷、橙皮苷、迷迭香酸、芒柄花苷、甘草酸铵、芒柄花素、木兰脂素的质量浓度分别在13.10~131.00 μg/mL、7.10~71.00 μg/mL、9.50~95.00 μg/mL、90.80~908.00 μg/mL、28.60~286.00 μg/mL、37.70~377.00 μg/mL、6.52~65.20 μg/mL、112.80~1128.00 μg/mL、1.28~12.80 μg/mL、19.20~192.00 μg/mL范围内与其峰面积线性关系良好($r \geq 0.9995, n = 7$);精密性、稳定性、重复性试验结果的RSD均小于3%($n = 6$);平均加样回收率分别为98.77%, 97.89%, 98.27%, 99.10%, 98.07%, 98.00%, 97.86%, 97.32%, 99.30%, 97.96%, RSD分别为3.51%, 2.87%, 3.37%, 3.04%, 2.39%, 2.88%, 2.80%, 2.70%, 3.89%, 2.69%($n = 6$)。10批样品中上述10种成分的含量分别为0.0887~0.1130 mg/mL, 0.0385~0.0496 mg/mL, 0.0356~0.0469 mg/mL, 0.3876~0.5082 mg/mL, 0.1417~0.1899 mg/mL, 0.1316~0.1653 mg/mL, 0.0344~0.0473 mg/mL, 0.4322~0.5834 mg/mL, 0.0030~0.0039 mg/mL, 0.0702~0.0963 mg/mL。结论 该方法操作简便、专属性强、灵敏度高、结果准确,可用于补气通窍合剂的质量控制。

关键词: 补气通窍合剂; 高效液相色谱法; 薄层色谱法; 质量标准

Quality Standard of Buqi Tongqiao Mixture

LYU Jianwei¹, ZHAO Fengxian^{2,3}, LIANG Xiaolian^{3,4}, LI Deren², CHEN Yong⁴, GUI Xiongbin^{1△}

(1. The First Affiliated Hospital of Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning, Guangxi 530023, China; 2. Jingxi People's Hospital, Baise, Guangxi 533800, China; 3. School of Pharmacy, Guangxi University of Chinese Medicine, Nanning, Guangxi 530200, China; 4. Wuzhou Traditional Chinese Medicine Hospital, Wuzhou, Guangxi 543099, China)

Abstract: Objective To establish the quality standard of Buqi Tongqiao Mixture. **Methods** Thin-layer chromatography (TLC) method was used for qualitative identification of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma, Magnoliae Flos, and Schizonepetae Herba in the preparation. High-performance liquid chromatography (HPLC) method was used for simultaneous determination of 10 components in the preparation, the chromatographic column was Agilent Zorbax SB-C₁₈ column (250 mm×4.6 mm, 5 μm), and the mobile phase was acetonitrile-0.1% phosphoric acid solution (gradient elution), the flow rate was 1.0 mL/min, the detection wavelength was set at 326 nm for chlorogenic acid and caffeic acid, 260 nm for calycosin-7-glucoside, glycyrrhizin, hesperidin, rosinic acid, ononin, ammonium glycyrrhizinate, and formononetin, and 278 nm for magnolin, the column temperature was 27℃, and

* 基金项目: 国家自然科学基金[82460955]。

第一作者: 吕建伟, 男, 大学本科, 主任药师, 研究方向为医院制剂及医院药学, (电子信箱)ljwldy@163.com。

△通信作者: 桂雄斌, 男, 博士研究生, 主任医师, 研究方向为中西医结合防治变应性鼻炎, (电子信箱)GuiXB2008@163.com。

- [11] 崔红倩, 迟宇昊, 申远. 白芍的化学成分和药理作用研究进展[J]. 新乡医学院学报, 2024, 41(3): 291-297.
- [12] 兰晓燕, 朱龙波, 黄显章, 等. 艾叶中主要化学成分的鉴定及其含量测定研究[J]. 中草药, 2021, 52(24): 7630-7637.
- [13] 梁乙川, 伍清芳, 刘素娟, 等. HPLC法同时测定川芎药材中10种成分含量[J]. 中药材, 2019, 42(1): 136-138.
- [14] 覃柳莹, 梁丽金, 胡懿, 等. 基于UPLC指纹图谱和网络药理学的当归炮制前后差异质量标志物研究[J]. 中草药, 2023, 54(18): 5892-5903.
- [15] 杨式华, 孔兰芬, 董胜强, 等. UPLC同时测定甘草及甘草浸膏中的甘草苷和甘草酸[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(17): 157-160.
- [16] 毛淑倩. 高效液相色谱波长切换法同时测定黄痘茵陈颗粒中8种指标性成分的含量[J]. 中国药业, 2022, 31(21): 69-72.
- [17] 朱帮会, 李银, 马雪, 等. 高效液相色谱法同时测定醒脾养儿颗粒中6种咖啡酰奎宁酸类成分含量[J]. 中国药业, 2022, 31(19): 59-63.
- [18] 陈金鹏, 张克霞, 刘毅, 等. 地黄化学成分和药理作用的研究进展[J]. 中草药, 2021, 52(6): 1772-1784.

(收稿日期: 2024-06-21; 修回日期: 2025-10-10)

the injection volume was 10 μ L. **Results** The TLC spots of Glycyrrhizae Radix et Rhizoma, Magnoliae Flos, and Schizonepetae Herba were clear, and the negative control had no interference. The linear ranges of chlorogenic acid, caffeic acid, calycosin - 7 - glucoside, glycyrrhizin, hesperidin, rosinic acid, ononin, ammonium glycyrrhizinate, formononetin, and magnolin were 13.10 - 131.00 μ g / mL, 7.10 - 71.00 μ g / mL, 9.50 - 95.00 μ g / mL, 90.80 - 908.00 μ g / mL, 28.60 - 286.00 μ g / mL, 37.70 - 377.00 μ g / mL, 6.52 - 65.20 μ g / mL, 112.80 - 1128.00 μ g / mL, 1.28 - 12.80 μ g / mL, 19.20 - 192.00 μ g / mL ($r \geq 0.999$, $n = 7$), respectively. The RSDs of precision, stability, and repeatability test results were all lower than 3% ($n = 6$). The average recoveries of the above 10 components were 98.77%, 97.89%, 98.27%, 99.10%, 98.07%, 98.00%, 97.86%, 97.32%, 99.30%, and 97.96%, with RSDs of 3.51%, 2.87%, 3.37%, 3.04%, 2.39%, 2.88%, 2.80%, 2.70%, 3.89%, and 2.69% ($n = 6$), respectively. The contents of the above 10 components in the 10 batches of samples were 0.088 7 - 0.113 0 mg / mL, 0.038 5 - 0.049 6 mg / mL, 0.035 6 - 0.046 9 mg / mL, 0.387 6 - 0.508 2 mg / mL, 0.141 7 - 0.189 9 mg / mL, 0.131 6 - 0.165 3 mg / mL, 0.034 4 - 0.047 3 mg / mL, 0.432 2 - 0.583 4 mg / mL, 0.003 0 - 0.003 9 mg / mL, and 0.070 2 - 0.096 3 mg / mL, respectively. **Conclusion** This method is simple, highly specific, sensitive, and accurate, which can be used for the quality control of Buqi Tongqiao Mixture.

Key words: Buqi Tongqiao Mixture; HPLC; TLC; quality standard

补气通窍合剂是广西中医药大学第一附属医院的医院制剂,由当归、川芎、甘草、荆芥等中药材组方,具有益气固卫、健脾化痰、补气开窍醒鼻、祛风透达通窍功效,临床广泛用于治疗鼻痒、鼻塞、打喷嚏、流清涕等,且治疗变态性鼻炎的疗效显著^[1-4]。该复方制剂中各药互相协同、配伍、制约,具有多组分、多靶点特点。目前,补气通窍合剂的研究多为临床疗效、药理学作用等,尚无相关质量标准研究。故本研究中采用薄层色谱(TLC)法对制剂中甘草、辛夷、荆芥进行定性鉴别,采用高效液相色谱(HPLC)法同时测定制剂中绿原酸、咖啡酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、甘草苷、橙皮苷、迷迭香酸、芒柄花苷、甘草酸铵、芒柄花素、木兰脂素的含量^[5-8],为补气通窍合剂的质量控制提供参考。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

1260型HPLC仪(美国Agilent公司);Secura225D-1CN型电子天平(赛多利斯科学仪器<北京>有限公司,精度为0.01 mg);YQ-520C型超声波清洗机(上海音波声电科技公司,功率为250 W,频率为40 kHz);IQ7000型超纯水系统(美国Millipore公司);HWS-26型电热恒温水浴锅(上海齐欣科学仪器有限公司);硅胶G薄层板、1%氢氧化钠薄层板(青岛海洋化工有限公司)。

1.2 试剂

补气通窍合剂(批号分别为200416,200430,200514,200601,200628,200710,200809,200928,201026,201206),缺甘草、辛夷、荆芥的阴性样品,均由广西中医药大学第一附属医院提供;毛蕊异黄酮葡萄糖苷对照品(批号为RP200208),咖啡酸对照品(批号为RP200614),芒柄花苷对照品(批号为RP200209),迷迭香酸对照品(批号为RP190718),甘草苷对照品(批号为RP200207),纯度均不低于98%,均购自成都麦德生科技有限公司;木兰脂素对照品(上海诗丹德标准技术服务有限公司,批号

为2342);绿原酸对照品(批号为110753-201415,纯度为96.3%),橙皮苷对照品(批号为110721-201115,纯度为97.2%),甘草酸铵对照品(批号为110731-201418,纯度为94.4%),芒柄花素对照品(批号为111703-200603),甘草对照药材(批号为120904-201620),辛夷对照药材(批号为121079-200704),均购自中国食品药品检定研究院;乙腈、甲醇(色谱纯,美国Thermo Fisher公司);水为超纯水。

2 方法与结果

2.1 TLC鉴别^[9]

甘草:精密量取样品10 mL,加甲醇50 mL,超声处理(功率为250 W,频率为40 kHz)30 min,滤过,滤液蒸干,加10 mL水溶解,用乙酸乙酯萃取2次,每次20 mL,合并2次有机相,滤液蒸干,残渣加2 mL甲醇溶解,即得供试品溶液。取缺甘草的阴性样品适量,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。取甘草对照药材1 g,精密称定,加50 mL水煎煮至10 mL,滤过,取滤液,按供试品溶液制备方法制备,即得对照药材溶液。按2020年版《中国药典(四部)》通则0502 TLC法^[9]试验,分别吸取上述阴性对照品溶液、供试品溶液、对照药材溶液各2 μ L,分别点于同一1%氢氧化钠薄层板上,以三氯甲烷-甲醇-水-甲酸(13:7:2:0.1, V/V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,喷10%硫酸乙醇溶液,80 $^{\circ}$ C加热至斑点显色清晰,置日光下检视。结果供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点,且阴性对照无干扰。详见图1A。

辛夷:精密量取样品30 mL,加氯仿50 mL,超声处理(功率为250 W,频率为40 kHz)30 min,收集有机相,水浴蒸干,残渣加2 mL甲醇溶解,即得供试品溶液。取缺辛夷的阴性样品适量,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。取辛夷对照药材1 g,精密称定,加50 mL水煎煮至30 mL,滤过,滤液按供试品溶液制备方法制备,

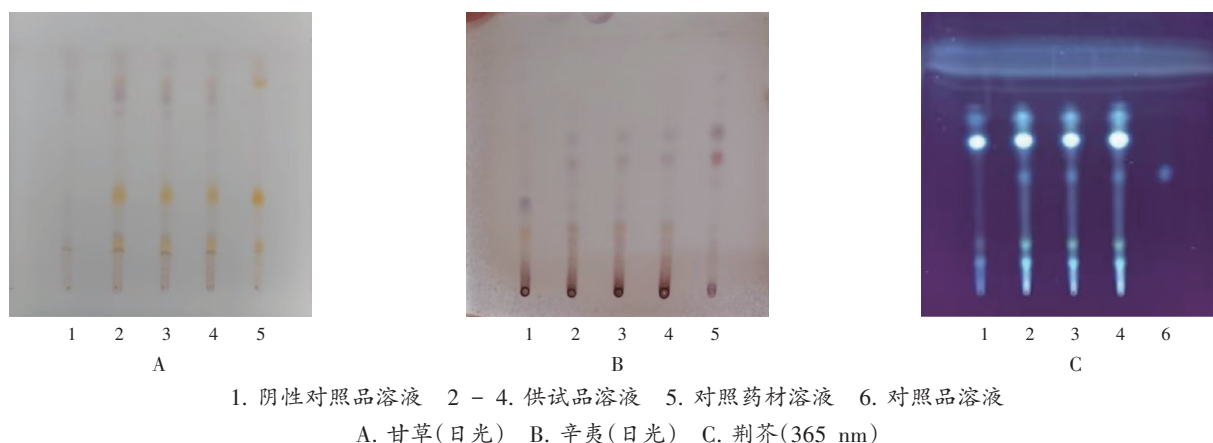


图1 薄层色谱图

1. Negative reference solution 2 - 4. Test solution 5. Reference medicinal material solution 6. Reference solution
A. Glycyrrhizae Radix et Rhizoma (sunlight) B. Magnoliae Flos (sunlight) C. Schizonepetae Herba (365 nm)

Fig. 1 TLC chromatograms

即得对照药材溶液。按2020年版《中国药典(四部)》通则0502 TLC法^[9]试验,分别吸取上述供试品溶液、阴性对照品溶液各5 μL及对照药材溶液2 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以氯仿-乙醚(5:1, V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,喷10%硫酸乙醇溶液,105℃加热至斑点显色清晰,置日光下检视。结果供试品溶液色谱中,在与对照药材溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点,且阴性对照无干扰。详见图1 B。

荆芥:精密量取样品10 mL,加石油醚40 mL,超声处理(功率为250 W,频率为40 kHz)10 min,弃石油醚,加乙酸乙酯40 mL萃取,取乙酸乙酯层,水浴蒸干,残渣加2 mL甲醇溶解,即得供试品溶液。取缺荆芥的阴性样品适量,按供试品溶液制备方法制备阴性对照品溶液。取迷迭香酸对照品适量,精密称定,加甲醇制成质量浓度为1 mg/mL的对照品溶液。按2020年版《中国药典(四部)》通则0502 TLC法^[9]试验,分别吸取上述供试品溶液、阴性对照品溶液各3 μL及对照品溶液1 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,以正己烷-甲苯-乙酸乙酯-甲酸(2:2:3:1, V/V/V/V)为展开剂,展开,取出,晾干,置紫外光灯(365 nm)下检视。结果供试品溶液色谱中,在与对照品溶液色谱相应位置显相同颜色的斑点,且阴性对照无干扰。详见图1 C。

2.2 高效液相色谱法测定含量

2.2.1 色谱条件与系统适用性试验

色谱柱:Agilent Zorbax SB-C₁₈柱(250 mm×4.6 mm, 5 μm);流动相:乙腈(A)-0.1%磷酸水溶液(B),梯度洗脱(洗脱程序见表1);流速:1.0 mL/min;检测波长:326 nm(绿原酸、咖啡酸),260 nm(毛蕊异黄酮葡萄糖苷、甘草苷、橙皮苷、迷迭香酸、芒柄花苷、甘草酸铵、芒柄花素),278 nm(木兰脂素);柱温:27℃;进样量:10 μL。

在此色谱条件下,绿原酸、咖啡酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、甘草苷、橙皮苷、迷迭香酸、芒柄花苷、甘草酸铵、芒柄花素、木兰脂素的分离度大于1.5,且理论板数均不低于8000。

表1 梯度洗脱程序(%)

Tab. 1 Gradient elution program (%)

时间	流动相A	流动相B	时间	流动相A	流动相B
0 min	5	95	50 min	23	77
3 min	11	89	55 min	35	65
13 min	14	86	70 min	43	57
33 min	18	82	75 min	100	0
34 min	20	80			

2.2.2 溶液制备

混合对照品溶液:分别取绿原酸、咖啡酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、甘草苷、橙皮苷、迷迭香酸、芒柄花苷、甘草酸铵、芒柄花素、木兰脂素对照品各适量,精密称定,置同一锥形瓶中,加甲醇制成质量浓度分别为0.131 0, 0.071 0, 0.095 0, 0.908 0, 0.286 0, 0.377 0, 0.065 2, 1.128 0, 0.012 8, 0.192 0 mg/mL的混合对照品贮备液。分别精密吸取贮备液0.50, 1.25, 2.00, 2.50, 3.00, 3.75, 5.00 mL,分别置不同5 mL容量瓶中,加甲醇定容,混匀,即得系列质量浓度的混合对照品溶液。

供试品溶液:精密量取样品5 mL,置具塞锥形瓶中,精密加入甲醇40 mL,超声处理(功率为250 W,频率为40 kHz)60 min,放冷,摇匀,滤过,用甲醇洗涤具塞锥形瓶和滤纸,合并洗液与滤液,水浴蒸干,用甲醇溶解并定容至5 mL容量瓶中,用0.45 μm微孔滤膜滤过,即得供试品溶液。

阴性对照品溶液:分别取缺甘草、辛夷、荆芥的阴性样品各适量,按供试品溶液制备方法分别制备阴性

对照品溶液。

2.2.3 方法学考察

专属性试验:分别精密吸取2.2.2项下混合对照品溶液、供试品溶液、阴性对照品溶液各10 μL,按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录色谱图。结果供试品溶液色谱中,在与混合对照品溶液色谱相同保留时间处有相应色谱峰出现,且阴性对照无干扰。详见图2。

线性关系考察:精密吸取2.2.2项下系列质量浓度的混合对照品溶液各10 μL,按2.2.1项下色谱条件进样测定,以各成分的质量浓度为($X, \mu\text{g}/\text{mL}$)横坐标、峰面积(Y)为纵坐标进行线性回归。结果见表2,表明各成分在各自质量浓度范围内与其峰面积线性关系良好。

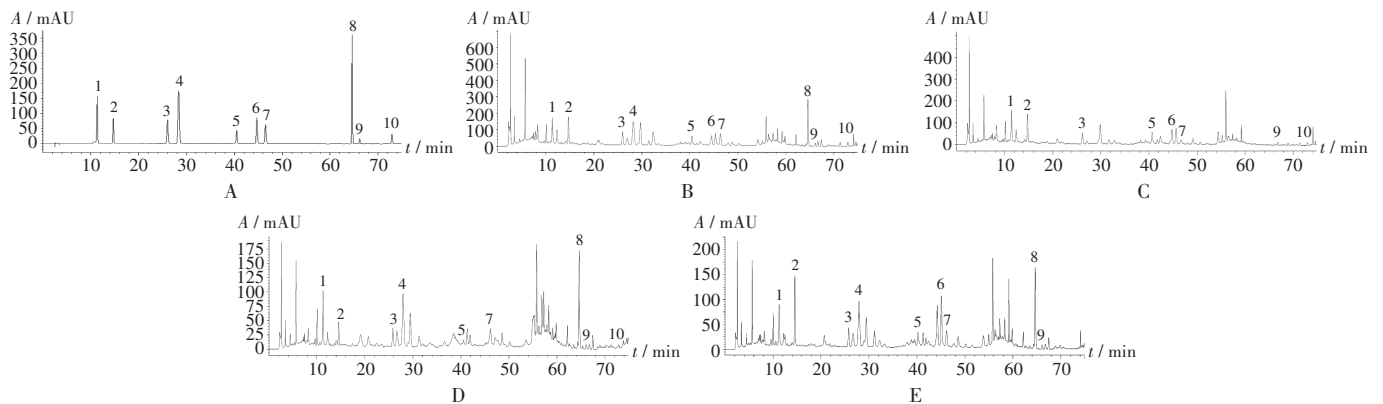
精密度试验:精密吸取2.2.2项下混合对照品溶液

适量,按2.2.1项下色谱条件连续进样测定6次,记录峰面积。结果见表2,表明仪器精密度良好。

稳定性试验:精密量取样品5 mL,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,分别于室温放置0,2,4,8,12,24 h时按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积。结果见表2,表明供试品溶液室温放置24 h内稳定性良好。

重复性试验:精密量取同一批(批号为201026)样品适量,平行6份,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算含量。结果见表2,表明方法重复性良好。

加样回收试验:精密量取已知含量的样品(批号为201026)2.5 mL,置具塞锥形瓶中,平行6份,按100%比例精密加入绿原酸、咖啡酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、甘



1. 绿原酸 2. 咖啡酸 3. 毛蕊异黄酮葡萄糖苷 4. 甘草苷 5. 橙皮苷 6. 迷迭香酸 7. 芒柄花苷 8. 甘草酸铵 9. 芒柄花素
10. 木兰脂素

A. 混合对照品溶液 B. 供试品溶液 C - E. 阴性对照品溶液(分别缺甘草、荆芥、辛夷)

图2 高效液相色谱图

1. Chlorogenic Acid 2. Caffeic Acid 3. Calycosin - 7 - glucoside 4. Glycyrrhizin 5. Hesperidin 6. Rosinic acid 7. Ononin 8. Ammonium glycyrrhizinate 9. Formononetin 10. Magnolin

A. Mixed reference solution B. Test solution C - E. Negative reference solution (lacking Glycyrrhizae Radix et Rhizoma, Magnoliae Flos, and Schizonepetae Herba, respectively)

Fig. 2 HPLC chromatograms

表2 方法学考察结果

Tab. 2 Results of the methodological investigation

成分	回归方程	线性范围($\mu\text{g}/\text{mL}$)	r	RSD(% , $n = 6$)		重复性试验($n = 6$)	
				精密度试验	稳定性试验	含量(mg/mL)	RSD(%)
绿原酸	$Y = 24.7340X - 75.8900$	13.10~131.00	0.9995	1.52	2.91	0.0734	2.65
咖啡酸	$Y = 54.6460X + 2.9009$	7.10~71.00	0.9998	1.91	0.65	0.0339	1.33
毛蕊异黄酮葡萄糖苷	$Y = 33.5960X + 0.6968$	9.50~95.00	0.9998	1.71	1.08	0.0389	2.92
甘草苷	$Y = 8.9189X + 27.9060$	90.80~908.00	0.9998	1.70	0.89	0.4120	2.86
橙皮苷	$Y = 4.8249X - 3.7628$	28.60~286.00	0.9998	1.59	0.86	0.1613	1.15
迷迭香酸	$Y = 8.5340X + 0.3958$	37.70~377.00	0.9996	1.63	0.40	0.1352	2.65
芒柄花苷	$Y = 37.9470X + 1.0413$	6.52~65.20	0.9995	1.57	0.96	0.336	2.97
甘草酸铵	$Y = 7.1836X - 52.9530$	112.80~1128.00	0.9997	2.29	0.80	0.4644	1.87
芒柄花素	$Y = 73.8960X + 8.6385$	1.28~12.80	0.9995	1.88	1.34	0.0032	1.38
木兰脂素	$Y = 5.5050X + 3.103$	19.20~192.00	0.9998	1.84	0.61	0.0684	2.81

草苷、橙皮苷、迷迭香酸、芒柄花苷、甘草酸铵、芒柄花素、木兰脂素对照品各适量,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,并计算回收率。结果见表3,表明方法准确度良好。

2.2.4 样品含量测定

精密量取10批样品2.5 mL,按2.2.2项下方法制备供试品溶液,按2.2.1项下色谱条件进样测定,记录峰面积,按外标法计算样品中绿原酸、咖啡酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、甘草苷、橙皮苷、迷迭香酸、芒柄花苷、甘草酸铵、芒柄花素、木兰脂素的含量。结果见表4。

3 讨论

3.1 样品提取方法选择

预试验中考察了不同提取方法(离心提取、加热回

流提取、超声提取)与不同提取溶剂(30%甲醇、60%甲醇、甲醇、30%乙醇、60%乙醇、95%乙醇)对提取效果的影响,并采用单因素试验法^[10-14]筛选最优提取溶剂量、提取时间。结果以40 mL甲醇、超声提取(功率为250 W,频率为40 kHz)60 min时,绿原酸、咖啡酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、甘草苷、橙皮苷、迷迭香酸、芒柄花苷、甘草酸铵、芒柄花素和木兰脂素的综合提取率最高。故提取方法选择用40 mL甲醇超声提取(功率为250 W,频率为40 kHz)60 min。

3.2 色谱条件选择

流动相、流速与柱温选择:参照文献^[15-16],曾考察不同流动相(甲醇、乙腈-水、甲醇-0.1%磷酸水溶液、乙腈-0.1%磷酸水溶液、甲醇-0.1%甲酸水溶

表3 加样回收试验结果(n=6)

Tab.3 Results of the recovery test (n = 6)

成分	样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	\bar{X} (%)	RSD(%)	成分	样品含量(mg)	加入量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	\bar{X} (%)	RSD(%)
绿原酸	0.183 6	0.184 0	0.359 7	95.71	98.77	3.51	迷迭香酸	0.337 9	0.338 0	0.665 0	96.75	98.00	2.88
	0.183 6	0.184 0	0.362 9	97.42				0.337 9	0.338 0	0.660 5	95.42		
	0.183 6	0.184 0	0.371 9	102.31				0.337 9	0.338 0	0.673 1	99.16		
	0.183 6	0.184 0	0.365 2	98.67				0.337 9	0.338 0	0.667 7	97.56		
	0.183 6	0.184 0	0.358 6	95.07				0.337 9	0.338 0	0.662 4	95.98		
	0.183 6	0.184 0	0.374 0	103.49				0.337 9	0.338 0	0.686 4	103.1		
咖啡酸	0.084 8	0.085 0	0.166 6	96.16	97.89	2.87	芒柄花苷	0.083 9	0.084 0	0.165 1	96.72	97.86	2.80
	0.084 8	0.085 0	0.165 3	94.69				0.083 9	0.084 0	0.163 4	94.61		
	0.084 8	0.085 0	0.171 5	101.96				0.083 9	0.084 0	0.164 3	95.73		
	0.084 8	0.085 0	0.168 9	98.92				0.083 9	0.084 0	0.166 5	98.36		
	0.084 8	0.085 0	0.169 7	99.87				0.083 9	0.084 0	0.167 7	99.75		
	0.084 8	0.085 0	0.166 2	95.75				0.083 9	0.084 0	0.169 6	102.01		
毛蕊异黄酮葡萄糖苷	0.097 4	0.099 0	0.192 9	96.49	98.27	3.37	甘草酸铵	1.161 0	1.161 0	2.279 9	96.38	97.32	2.70
	0.097 4	0.099 0	0.195 1	98.71				1.161 0	1.161 0	2.260 1	94.67		
	0.097 4	0.099 0	0.193 2	96.82				1.161 0	1.161 0	2.337 1	101.3		
	0.097 4	0.099 0	0.200 9	104.62				1.161 0	1.161 0	2.318 6	99.71		
	0.097 4	0.099 0	0.191 8	95.36				1.161 0	1.161 0	2.284 0	96.73		
	0.097 4	0.099 0	0.194 0	97.59				1.161 0	1.161 0	2.265 7	95.15		
甘草苷	1.030 0	1.031 0	2.059 7	99.87	99.10	3.04	芒柄花素	0.008 0	0.008 1	0.016 2	99.85	99.30	3.89
	1.030 0	1.031 0	2.044 0	98.35				0.008 0	0.008 1	0.016 6	105.47		
	1.030 0	1.031 0	2.108 7	104.62				0.008 0	0.008 1	0.015 9	97.1		
	1.030 0	1.031 0	2.017 5	95.78				0.008 0	0.008 1	0.015 9	96.43		
	1.030 0	1.031 0	2.037 7	97.74				0.008 0	0.008 1	0.015 8	95.18		
	1.030 0	1.031 0	2.042 6	98.21				0.008 0	0.008 1	0.016 3	101.75		
橙皮苷	0.403 3	0.403 0	0.799 9	98.41	98.07	2.39	木兰脂素	0.171 0	0.172 0	0.342 6	99.75	97.96	2.69
	0.403 3	0.403 0	0.791 5	96.32				0.171 0	0.172 0	0.338 1	97.12		
	0.403 3	0.403 0	0.803 9	99.41				0.171 0	0.172 0	0.334 1	94.79		
	0.403 3	0.403 0	0.786 3	95.04				0.171 0	0.172 0	0.340 4	98.45		
	0.403 3	0.403 0	0.813 1	101.69				0.171 0	0.172 0	0.346 3	101.92		
	0.403 3	0.403 0	0.796 5	97.56				0.171 0	0.172 0	0.335 7	95.75		

表4 10批样品中10种成分含量测定结果(mg/mL)

Tab. 4 Results of the content determination of 10 components in 10 batches of samples (mg/mL)

批号	绿原酸	咖啡酸	毛蕊异黄酮葡萄糖苷	甘草苷	橙皮苷	迷迭香酸	芒柄花苷	甘草酸铵	芒柄花素	木兰脂素
200416	0.113 0	0.049 6	0.044 6	0.471 1	0.167 0	0.164 9	0.040 9	0.522 3	0.003 7	0.075 3
200430	0.106 9	0.045 2	0.035 6	0.387 6	0.145 9	0.131 6	0.034 4	0.432 2	0.003 0	0.070 2
200514	0.102 3	0.042 3	0.046 0	0.480 0	0.189 9	0.157 8	0.039 7	0.543 0	0.003 6	0.081 2
200601	0.099 9	0.043 7	0.039 0	0.508 2	0.167 0	0.162 3	0.038 4	0.557 4	0.003 6	0.091 2
200628	0.107 6	0.042 5	0.046 7	0.479 9	0.175 8	0.159 9	0.042 2	0.534 3	0.003 7	0.078 1
200710	0.088 7	0.043 4	0.043 9	0.443 0	0.173 2	0.149 5	0.038 6	0.521 4	0.003 5	0.080 5
200809	0.097 6	0.038 5	0.046 9	0.500 3	0.165 9	0.165 3	0.047 3	0.583 4	0.003 9	0.096 3
200928	0.095 9	0.043 6	0.039 6	0.430 5	0.147 3	0.154 7	0.038 2	0.489 3	0.003 2	0.076 2
201026	0.096 5	0.040 7	0.042 6	0.443 8	0.152 1	0.159 7	0.037 7	0.491 1	0.003 7	0.071 0
201206	0.095 8	0.039 9	0.039 1	0.430 4	0.141 7	0.154 2	0.035 9	0.484 6	0.003 0	0.079 7
\bar{X}	0.100 4	0.042 9	0.042 4	0.457 5	0.162 6	0.156 0	0.039 3	0.515 9	0.003 5	0.080 0

液、乙腈 - 0.1% 甲酸水溶液), 流速(0.8, 0.9, 1.0, 1.1, 1.2 mL/min), 不同柱温(20, 25, 27, 30, 35 °C)对色谱峰分离度和峰形的影响。结果流动相为乙腈 - 0.1% 磷酸水溶液、流速为 1.0 mL/min、柱温为 27 °C 时, 10 种成分色谱峰的分离度和峰形均最优, 且可与杂质峰达到基线分离。故选择流动相为乙腈 - 0.1% 磷酸水溶液, 流速为 1.0 mL/min, 柱温为 27 °C。

检测波长选择: 采用二极管阵列检测器(DAD)于 200 ~ 400 nm 波长范围内扫描, 结果绿原酸、咖啡酸、毛蕊异黄酮葡萄糖苷、甘草苷、橙皮苷、迷迭香酸、芒柄花苷、甘草酸铵、芒柄花素、木兰脂素的最大吸收波长分别为 326, 326, 260, 278, 286, 329, 250, 254, 250, 278 nm。综合考虑上述成分的色谱峰峰形、分离度、响应值、基线平稳度, 最终选择检测波长分别为 326 nm(绿原酸、咖啡酸)、260 nm(毛蕊异黄酮葡萄糖苷、甘草苷、橙皮苷、迷迭香酸、芒柄花苷、甘草酸铵、芒柄花素)、278 nm(木兰脂素)。

3.3 方法评价

本研究中建立的方法操作简便、专属性强、灵敏度高、结果准确, 可用于补气通窍合剂的质量控制。

参考文献

[1] 桂雄斌, 何颖. 补气通窍方合用西药治疗慢性鼻炎疗效观察[J]. 广西中医药, 2008, 31(5): 26 - 27.
[2] 桂雄斌, 伏广虎, 李馥芊, 等. 健脾通窍方治疗脾气虚弱型变应性鼻炎的临床疗效观察[J]. 广州中医药大学学报, 2019, 36(1): 59 - 63.
[3] 彭林峰, 桂雄斌, 王明刚, 等. 补气通窍方改善变应性鼻炎大鼠鼻黏膜水平平衡的实验研究[J]. 辽宁中医杂志, 2021, 48(5): 172 - 175.
[4] 桂雄斌, 伏广虎, 王明刚. 补气通窍方调控变应性鼻炎大鼠外周 TNF- α 、IL-1 β 、IL-6 含量的实验研究[J]. 辽宁中医药大学学报, 2019, 21(9): 23 - 25.

[5] 王婷格, 罗陆遥, 薛瑞, 等. 基于 HPLC 指纹图谱和多成分含量测定结合化学计量学的盐杜仲质量评价研究[J]. 中国中药杂志, 2024, 49(1): 141 - 150.
[6] 王力弘, 钱怡云, 韦敏, 等. 基于多波长切换 HPLC 同时测定五加皮中 10 个成分研究[J]. 药物分析杂志, 2023, 43(4): 558 - 563.
[7] 张利恒, 陈新, 邱智东. HPLC 法同时测定人参败毒散标准汤剂中 6 种成分[J]. 中成药, 2023, 45(4): 1080 - 1085.
[8] 帅丽霞, 阮佳, 袁袁, 等. HPLC 法测定经典名方二冬汤物质基准中多成分含量[J]. 中国测试, 2023, 49(3): 65 - 71.
[9] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典(一部)[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020: 59 - 60.
[10] 何艳, 胡小祥, 张霞, 等. HPLC 测定杜仲降压片中的绿原酸、迷迭香酸和黄芩苷[J]. 华西药学杂志, 2019, 34(4): 410 - 412.
[11] 姚娜, 黄燕明, 李雪银, 等. HPLC 同时测定炙黄芪配方颗粒特征图谱及毛蕊异黄酮葡萄糖苷含量[J]. 中国现代中药, 2019, 21(6): 814 - 816.
[12] 庄会芳, 袁晓梅, 庄建林, 等. UPLC 波长切换法同时测定心通颗粒中 7 个成分的含量[J]. 药物分析杂志, 2023, 43(8): 1284 - 1290.
[13] 韩明阳, 王雪梅, 李媛媛, 等. HPLC 法测定康复春口服液中心毛蕊异黄酮葡萄糖苷、芒柄花苷、毛蕊异黄酮、芒柄花素、黄芪甲苷和人参皂苷 Rb1[J]. 现代药物与临床, 2018, 33(1): 37 - 40.
[14] 宫鹏, 余剑萍, 肖雷, 等. 高效液相色谱法测定苍辛滴鼻剂中绿原酸及木兰脂素的含量[J]. 安徽医学, 2017, 38(9): 1099 - 1102.
[15] 宋青, 郑晖, 黄锦燕. HPLC 同时测定和胃消痞丸中柚皮苷、橙皮苷、新橙皮苷和黄芩苷的含量[J]. 食品与药品, 2021, 23(5): 425 - 428.
[16] 王鼎, 王佳, 胡军华, 等. 小儿健脾颗粒质量标准建立研究[J]. 中草药, 2023, 54(18): 5933 - 5940.

(收稿日期: 2025 - 04 - 24; 修回日期: 2025 - 12 - 07)